Construção de Banco de Dados de Minerais Brasileiros para Analisador Mineral Integrado, acoplado a Sistema MEV-EDS Automatizado

Sampaio, N.P.[1,2]; Castro, G.G.[2]; Moreira.G. F.[2]; Silva, F. L.[1]; Kruger, F.L.[1]; Araújo, F.G.[1].
(1) Rede Temática em Engenharia de Materiais - REDEMAT -Universidade Federal de Ouro Preto - Brasil
(2) NanoLab – Centro Mínero Metalúrgico - REDEMAT – Universidade Federal de Ouro Preto – Brasil

Resumo

Dentre as diversas técnicas de caracterização mineralógica, os analisadores automatizados vêm ganhando grande destaque, pois fornecem dados qualitativos e quantitativos, de forma automatizada, com grande rapidez e precisão. Tal sistema, disponibilizado no NanoLab, do Centro Mínero-Metalúrgico da REDEMAT, especificamente, denominado TIMA-MIRA, é composto de um programa de controle de varredura e análise de dados minerais (TIMA – Tescan Integrated Mineral Analizer) e um microscópio eletrônico de varredura, com canhão de elétrons de emissão de campo, associado a dois detectores de dispersão de energia de raios X característicos (MIRA – nome comercial). O sistema se utiliza de um banco de dados minerais nas suas operações, que consiste na associação de imagens por elétrons retro espalhados dos grãos minerais, com seus respectivos espectros de Raios-X característicos e sua comparação com os espectros característicos de um banco de dados. O equipamento conta com uma interface que permite acrescentar minerais e outros materiais a seu banco de dados básico, o que é fundamental para a acurácia dos resultados, pois o banco de dados original do equipamento, criado, apenas, com dados de amostras minerais oriundas de outros países, não identifica os minerais de procedência nacional, com seus característicos elementos majoritários e minoritários. Estas limitações do banco de dados do analisador mineral integrado TIMA-MIRA motivaram a construção de um novo banco de dados, através de uma metodologia de seleção, preparação e análise, por difratometria de Raios e pelo sistema TIMA-MIRA, de diversas amostras do contexto geológico brasileiro. Os resultados foram validados na caracterização de minérios selecionados do contexto geológico nacional, tais como minério de ferro, ouro, elementos de terras raras e na análise de lâminas petrográficas de rochas, demostrando a importância e validade de tal sistema, na caracterização de bens minerais.
Palavras-chaves: Minerais Brasileiros, Analisador Mineral Integrado, TIMA-MIRA

1. Introdução

A caracterização tecnológica de minérios é um ramo da indústria mineral que fornece subsídios mineralógicos e texturais necessários ao preciso dimensionamento da rota e à melhoria do rendimento global do processo, através da identificação e da correção de suas etapas, constituindo-se, portanto, um passo fundamental na otimização do aproveitamento de um recurso mineral.

Uma diversidade de fatores influencia na determinação das técnicas de caracterização a serem utilizadas, dentre os quais se incluem a mineralogia e as propriedades físico-químicas do minério, o objetivo e a abrangência da caracterização, a disponibilidade de tempo e de recursos financeiros e as possíveis rotas de processamento (Neumann et al. 2004). Dentre as várias etapas executadas na caracterização tecnológica de minérios, a caracterização mineralógica corresponde àquela que determina e quantifica toda a assembleia mineralógica – incluindo minerais de interesse e de ganga – e a distribuição dos elementos úteis entre os minerais de minério, definindo também algumas propriedades físicas e químicas destes minerais (Neumann et al. 2004). Os métodos mais comumente empregados nessa etapa são a difratometria de raios X, a microscopia óptica, a microscopia eletrônica de varredura e a microssonda eletrônica.

Além das técnicas tradicionais, novas ferramentas de caracterização mineralógica estão comercialmente disponíveis. Os analisadores minerais integrados, usualmente referidos como sistemas de mineralogia automatizada, constituem a última geração de equipamentos desenvolvidos, que proporcionam análises mineralógicas automáticas, rápidas e abrangentes. Os referidos sistemas executam análises através da conjugação das técnicas de microscopia eletrônica de varredura e espectrometria de energia dispersiva de raios X e geram volumes de dados consideravelmente maiores que os métodos anteriormente citados, no que tange às composições mineralógicas e químicas, às distribuições de elementos e partículas e à determinação dos espectros de liberação mineral (Petruk 1989, Sutherland & Gottlieb,1991). Tais sistemas, que foram inicialmente desenvolvidos para a indústria de mineração, evoluíram substancialmente nas últimas duas décadas, ampliando suas aplicações para as áreas como a geociências e a indústria de petróleo e gás (FEI, 2015).

Nesse contexto, o presente trabalho versa sobre o desenvolvimento de uma metodologia para a criação de um banco de dados de minerais do sistema TIMA-MIRA (*Tescan Integrated Mineral Analyzer*) fabricado pela TESCAN™ e, recentemente, instalado no NanoLab do Centro Minero-Metalúrgico da Rede Temática de Engenharia de Materiais (REDEMAT). Tal banco de dados será destinado à microscopia quantitativa, para a análise dos diversos tipos de minérios ferrosos e não ferrosos, de procedência nacional.

O conhecimento da natureza e distribuição de elementos microestruturais em minérios é importante para o controle e o estudo de suas propriedades e, particularmente para a avaliação dos processos de beneficiamento. A microscopia quantitativa estabelece métodos que permitem obter estas distribuições, normalmente através de avaliações estatísticas, sendo necessário um número relativamente grande de medidas para que se possa ter boa precisão na análise. No estudo de propriedades em minerais, a distribuição volumétrica dos elementos microestruturais, tais como poros e grãos, é de fundamental importância. A partir de distribuições planas destes elementos, obtidas em uma seção aleatória do material, pode-se, com o uso de métodos estereométricos, obter distribuições volumétricas. A determinação destas distribuições é uma das caracterizações necessárias ao controle dos processos de beneficiamento.

No caso da caracterização de grãos em materiais policristalinos, usam-se dois tipos de métodos. Um método trabalha com medidas diferenciais, enquanto o outro trabalha com medidas integrais. As medidas integrais são mais simples e rápidas, como no caso do intercepto linear médio, enquanto as medidas diferenciais requerem, em alguns casos, um volume de trabalho muito grande e tedioso, por serem medidas bastante complexas. Todavia, o uso computadores de alto desempenho, aliado ao desenvolvimento de softwares, conhecidos como analisadores de imagens, tem tornado estas medidas mais acessíveis, rápidas e precisas. Na análise de liberação, podem ser identificadas e quantificadas a associação entre as fases, as frações de peso de fases específicas nas classes de liberação, a distribuição de minerais específicos nas classes de liberação e a população de grãos/partículas em categorias de tamanho. Utilizando-se algoritmos semelhantes aos usados no método de liberação mineral, o sistema conta ainda com o módulo de busca de fase brilhante, em que a um elemento, normalmente pesado e de alto valor específico, é atribuída uma determinada cor e só ele é identificado em uma varredura. Tal método é um importante auxiliar na otimização de processo e na busca de metais preciosos e terras raras.

2. Materiais e Métodos

A metodologia do trabalho consistiu na seleção de amostras de minerais do território Brasileiro e preparação física, adequação granulométrica e confecção de seções polidas dos mesmos, para análise no sistema automático de aquisição, instalado no NanoLab, do Centro Minero-Metalúrgico da REDEMAT. Especificamente, o sistema denominado TIMA-MIRA,

composto de um programa de controle de varredura e análise de dados minerais (TIMA – Tescan Integrated Mineral Analizer) e um microscópio eletrônico de varredura, com canhão de elétrons de emissão de campo, associado a dois detectores de dispersão de energia de raios X característicos (MIRA – nome comercial).

Para aferição dos dados, foram seguidas, quando necessário, de análise em bancada por técnicas complementares, como difratometria de raios-X. Após confirmação das identificações das fases dos materiais estudados, foi construído um banco de dados denominado Nanolab-all, tendo como base de início de estudo o banco de dados do sistema, Tescan_All e suas variantes, com suas imagens e espectros de raios-X característicos, obtidos pelo sistema TIMA-MIRA e desenvolvidos protocolos para seus usos em suas respectivas classes de materiais.

2.1.Sistema TIMA - MIRA

Recentemente desenvolvido e fabricado pela TESCAN™, o sistema TIMA-MIRA foi especificamente projetado para indústria de mineração e permite rápidas análises mineralógicas quantitativas de rochas, minérios, concentrados, rejeitos, resíduos de lixiviação e produtos de fundição. O sistema constitui-se de um software de controle de varredura e de análise de dados minerais, denominado TIMA, e de um hardware SEM/FEG-EDX integrado, comercialmente conhecido como MIRA, composto por um microscópio eletrônico de varredura, com canhão de elétrons por emissão de campo (FEG – *Field Emisson Gun*), associado a dois detectores de dispersão de energia de raios X característicos (TESCAN 2015).

O TIMA é um software baseado no sistema SEM-EDS, onde os espectrômetros de energia dispersiva realizam o mapeamento dos espectros de raios-X característicos de cada elemento químico da amostra e o microscópio eletrônico de varredura efetua, simultaneamente, as imagens dos elétrons retroespalhados em altas velocidades de digitalização. Os sinais estáveis dos elétrons retroespalhados condicionam a geração de uma imagem para cada grão mineral e sua identificação é realizada através do parâmetro brilho BSE, que segue uma escala de cinzas com valores entre 0 (0 % BSE) e 256 (100 % BSE), que se encontra baseada na calibração do mesmo parâmetro junto ao padrão existente no porta amostra. As variações da escala de cinzas fornecem um rápido e eficaz método de distinção de limites entre os grãos minerais, valorizando-se por proporcionar uma identificação primária da ordem mineral. No mapeamento de raios-X, a identidade do grão mineral segmentado é avaliada através de uma única análise de raios-X ou através da varredura em um único ponto no centro geométrico ou em uma área definida do grão, quando da presença de minerais de brilho BSE (ou tonalidade de cinza) semelhantes.

Para toda partícula de interesse, a análise da imagem e a identificação mineral começam com a delimitação das fronteiras entre os diferentes grãos minerais, baseando-se em contrastes de brilho nas imagens BSE de cada campo. Segundo Sylvester (2012), o coeficiente de retroespalhamento (η) é o número de elétrons retroespalhados emitidos por um mineral (NBSE) em relação ao número de elétrons incidentes do SEM (NIE), conforme a Equação (1):

$$\boldsymbol{\eta} = \frac{\mathbf{NBSE}}{\mathbf{NIE}} \qquad (1)$$

Sendo ainda uma função do número atómico médio (Z) do mineral (Heinrich, 1966), conforme Equação (2):

$$\boldsymbol{\eta} = -\mathbf{0,0254} + \mathbf{0,016\,.\,Z}\,(-\,\mathbf{0,000186\,Z^2} + \mathbf{8,3} \times \mathbf{10^{-7}\,.\,Z^3}) \qquad (2)$$

Os minerais compostos de elementos mais pesados (por exemplo, o zircão) tem um maior retroespalhamento dos elétrons incidentes do SEM (tem um valor η superior) e aparecem

mais brilhantes na imagem BSE, enquanto que os minerais compostos de elementos mais leves (por exemplo, o quartzo) tem um menor retroespalhamento de elétrons (tem um valor η inferior) e aparecem mais escuros (Fandrich *et al.*, 2007).

O equipamento do CMM–REDEMAT é um sistema SEM/FEG-EDS, onde o FEG (Field Emission Gun) produz um campo de elétrons mais coerente, menor em diâmetro e com imagens até mil vezes mais brilhantes que os feixes produzidos por filamentos de ponta de tungstênio, fatores que somados resultam em uma significativa melhora da resolução espacial e do índice de sinal-ruído da máquina (Tescan Company, 2013). Quando todas as partículas da área têm suas medidas adquiridas, o procedimento se repete em um novo campo (Sylvester 2012). A Figura 1 sumariza a sequência de operações do sistema TIMA-MIRA, anteriormente descritas. A coleta da imagem de BSE no SEM (1) e dos espectros de raio X no EDS(2) é efetuada simultaneamente ou em etapas subsequentes, a depender da definição dos parâmetros *Analysis type* e *Acquisistion mode* (3) O parâmetro *Analysis type* dispõe das opções *Modal analysis, Liberation analysis* e *Bright Phase Search*, determinando os aspectos qualitativos dos dados coletados, enquanto o parâmetro *Acquisistion mode* dispõe das opções *High resolution mapping*, *Point spectrometry* e *Line mapping* e determina os aspectos quantitativos destes. (TIMA 2015).
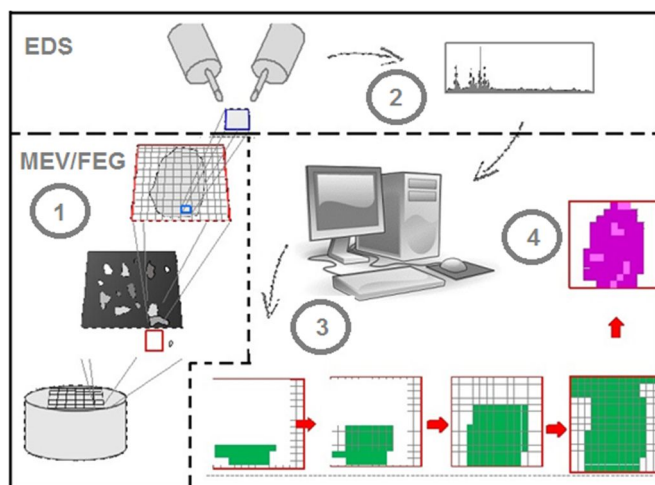
Figura 1- Sequência das etapas executadas em uma análise no sistema TIMA-MIRA. (Modificado de Jaime *et al.* 2009).

O TIMA é destinado à aquisição, gerenciamento, processamento e à apresentação dos dados, por integração ao hardware MIRA. Em sua versão mais completa, o programa encontra- se estruturado em dois módulos principais, *Data* a*cquisition* e *Data management*, e em uma ferramenta*, Spectrum Tools*. A Figura 2 ilustra uma estrutura simplificada do software. A aquisição dos dados é efetuada através do módulo *Data Aquisition* e obedece a sequência de etapas estabelecidas pelo software: Identificação das amostras, procedimento de calibração, ajuste do foco, definição dos parâmetros de medidas e aquisição de dados. O gerenciamento, o processamento e a apresentação dos dados é realizada através do módulo *Data management.* Um conjunto de dados adquiridos é armazenado em um projeto, onde a informação, além de visualizada, pode ser manipulada através de ferramentas de edição e seleção de partículas ou de alterações no esquema de classificação mineral.
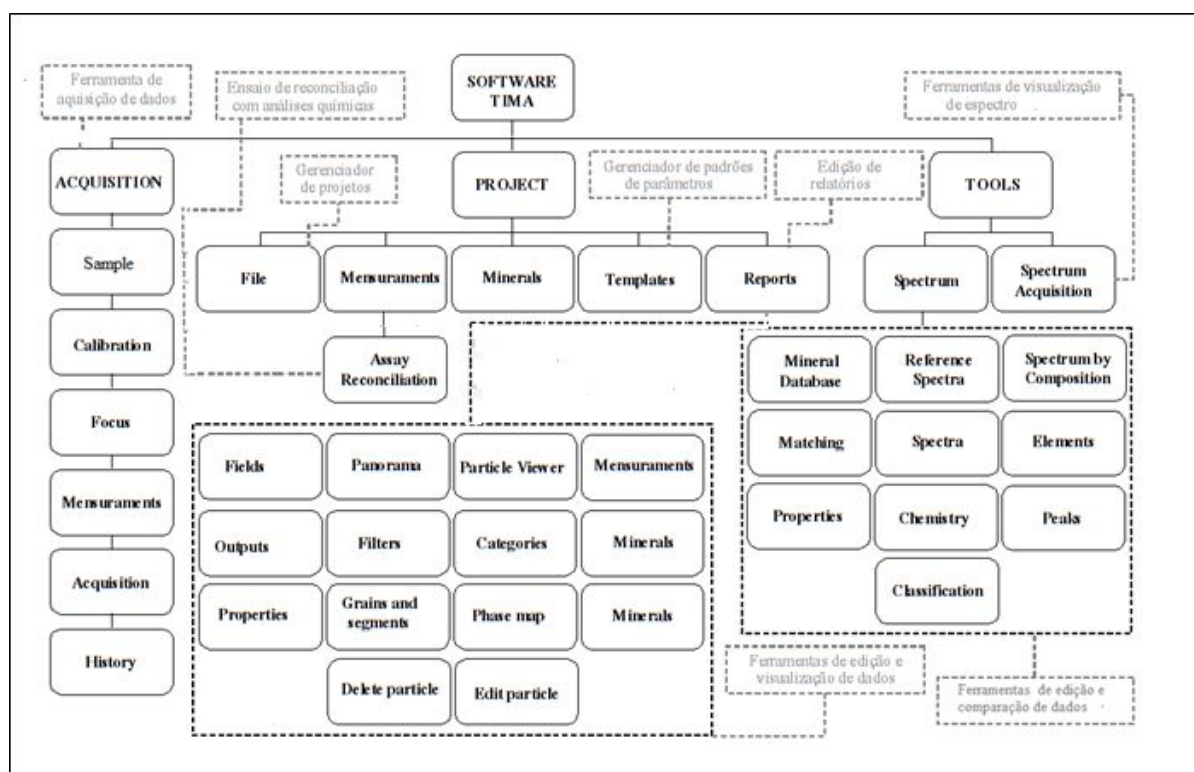
Figura 2. Estrutura simplificada do software TIMA representada pelas principais guias de navegação do programa.

O gerenciamento, o processamento e a apresentação dos dados é realizada através do módulo *Data management*. Um conjunto de dados adquiridos é armazenado em um projeto, onde a informação, além de visualizada, pode ser manipulada através de ferramentas de edição e seleção de partículas ou de alterações no esquema de classificação mineral.

Tabela 1. Relação dos tipos de relatórios e suas respectivas descrições no software

RELATÓRIOS	DESCRIÇÃO
Mineral mass	Fração em massa dos minerais
Element mass	Fração em massa dos elementos químicos
Elemental deportment	Distribuição dos elementos químicos selecionados nas fases
Elements maps	Distribuição de todos os elementos químicos
Mineral associations	Relação espacial entre os minerais ou grupos minerais dentro das partículas
Mineral liberation	Distribuição das fases, elementos ou partículas em categorias de liberação
Mineral locking	Dados quantitativos sobre os minerais no qual um mineral de interesse está trancado.
Mineral release	Liberação do mineral de interesse por fração de tamanho
Grade-recovery curve	Recuperação máxima do mineral ou elemento em um nível do processo de flotação
Grain size	Distribuição da população de grãos dos minerais selecionados em categorias de tamanho
Particle size	Divisão de partículas em categorias de tamanho
Particle density	Divisão de partículas em categorias baseada na densidade relativa média
Phase specific surface area	Valores da área de superfície específica da população de grãos dos minerais selecionados
Particle viewer	Vizualização de partículas individuais
Category viewer	Distribuição das fases, grupos minerais ou elementos químicos em uma tabela por categorias de partículas definida pelo usuário

Um esquema de classificação mineral constitui-se de uma lista de minerais, cada qual associado às suas regras de classificação e aos seus espectros de referência. Atributos dos minerais, que incluem propriedades como fórmula química, densidade e composição química, podem ser importados do banco de dados constante no site Webmineral, que contém mais 4700 registros. As regras de classificação e os espectros, por sua vez, são compostos a partir dos dados adquiridos. Os resultados obtidos são exibidos em relatórios individuais, expressos na forma de tabelas, gráficos e imagens. Um conjunto de relatórios compõe o *Workbook* do projeto (TIMA 2015).

A Tabela 1 sumariza os tipos de relatórios disponibilizados e suas respectivas descrições. O *Spectrum Tools* constitui uma ferramenta de identificação e correlação de espectros de raios X, obtidos do *Spectrum acquisition tool* ou de um conjunto de dados já adquirido, permitindo ainda obtê-los a partir das concentrações relativas de elementos químicos em uma análise semi-quantitativas, armazená-los em um diretório pré-definido e importá-los como espectros de referências, desde que totalizem um número mínimo de 1200 contagens (TIMA 2015).

2.2. Construção do banco de dados de minerais de procedência brasileira

A construção do banco de dados segue diversos estágios, gerenciados a partir de um módulo específico do sistema TIMA-MIRA. O fluxograma da Figura 3 sumariza a sequência dos estágios envolvidos nessa etapa.
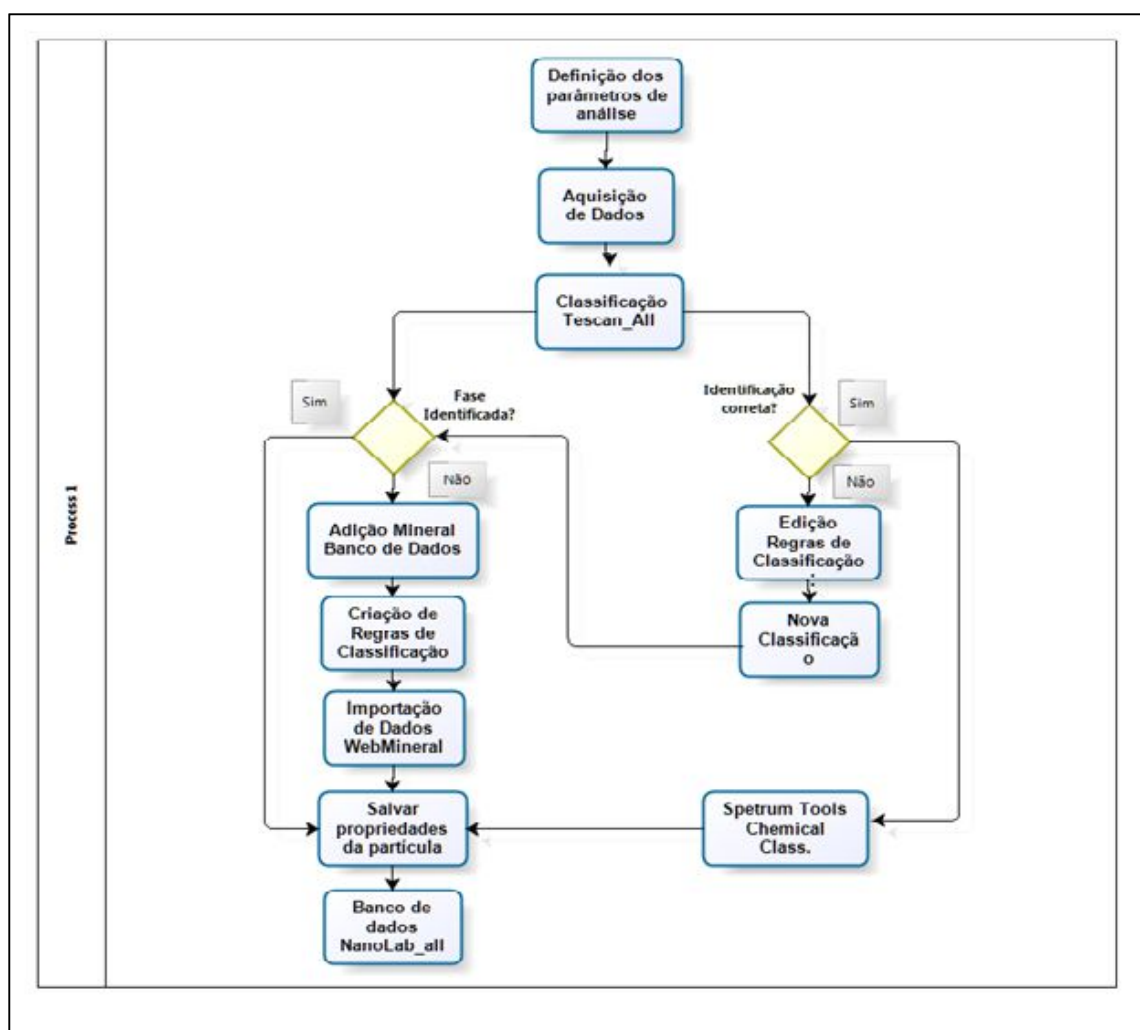
Figura 3. Fluxograma das etapas de classificação mineral.

Para fins de simplificação, o esquema de classificação mineral é utilizado como sinônimo de banco de dados neste trabalho, sendo que o esquema de classificação denominado *Tescan_All*, originário do sistema, foi a base para a construção do banco de dados de minerais brasileiros, *Nanolab-all,* objeto deste estudo. Esse foi construído em etapas, originando várias versões, que culminaram em uma versão final, NanoLab_all (ver. 22), aqui apresentada. Assim, tal versão do banco de dados utilizada contempla todos os minerais que estão no banco de dados originário do sistema, bem como, os minerais inseridos e ou adaptados, corrigidos às condições dos minérios de depósitos brasileiros, juntamente com suas propriedades, regras e espectros de referência.

O primeiro estágio é comum a todas as amostras e consiste na entrada de dados através da criação de um projeto (Project) - um máximo de sete amostras são alocadas para definição dos parâmetros de análise. Por conseguinte, segue-se a avaliação das fases, tomando-se como base os resultados obtidos pela técnica de difratometria de raios X, bem como consulta ao site Webmineral, que servem como confirmação das espécies ou associações minerais selecionadas. As fases não automaticamente identificadas, uma vez corretamente classificadas, pelas intensidades dos picos de elementos químicos constantes em cada espécime, foram inseridas no banco de dados designado *Nanolab-All,* em suas diversas versões, que ganhavam nova nomeação à medida que lotes de novos minerais a ele eram inseridos, totalizando um número de 20 versões. Suas propriedades foram importadas de modo automatizado do site Webmineral. As fases incorretamente classificadas foram reajustadas, através da edição das regras do próprio mineral, caso o mesmo se encontrasse inserido no banco de dados, ou através de sua adição ao banco de dados, de forma análoga à interior.

3. Resultados e Discussões

3.1. Banco de Dados de Minerais

A metodologia apresentada foi aplicada na identificação e inserção no banco de dados de 193 diferentes espécies e associações minerais, resultando em um banco de dados com minerais de procedência brasileira e constantes nos diversos depósitos geológicos.

Desse total, 110 tiveram suas regras de identificação definidas e foram inseridos no banco de dados, com suas propriedades, importadas do Webmineral, bem como informações coletadas no sistema MEV-EDX, 60 tiveram suas regras alteradas à realidade dos depósitos geológicos nacionais e 23 constantes no banco de dados original do sistema, Tescan- All, que foram mantidos. Desse montante, alguns minerais selecionados exibiram inconsistências, impossibilitando sua inserção individual no banco de dados com a metodologia especificamente desenvolvida neste estudo. A Tabela 3 apresenta a relação dos minerais e as associações minerais, presentes no banco de dados desenvolvido, onde minerais com sufixo (1) foram os acrescentados, com sufixo (a) foram modificados em suas regras de classificação e os minerais sem sufixo são originários do banco de dados do sistema. Os nomes dos minerais foram mantidos em inglês, para preservar a consistência com os demais no sistema. A organização das espécies em classes minerais apresentada baseia-se na classificação de acordo com Dana (1981).

Os *silicato*s selecionados apresentaram diferentes respostas quanto à classificação, após a análise no sistema, em função, principalmente, de suas variedades. Os minerais inseridos nessa classe são constituídos por estruturas tetraédricas, compostas por silício e oxigênio e unidas em configurações de diferentes graus de complexidade, cujos interstícios encontram-se preenchidos, essencialmente, por átomos de alumínio, magnésio, ferro, manganês, cálcio, potássio e sódio (Dana 1981). Da combinação entre a complexidade estrutural e composição

química resultam os diversos minerais que compõem esta classe, caracterizada pela presença de espécies isomorfas, polimorfas e de soluções sólidas.

Os minerais selecionados que apresentam composição química definida não produziram impedimentos quanto à classificação, sendo suas regras normalmente estabelecidas pela atribuição de valores máximos e mínimos das intensidades dos elementos químicos que as compõem. A exemplo, tem-se o mineral lepidolita [K (Li, Al)$_3$(Si, Al)$_4$O$_{10}$(F, OH)$_2$], que teve suas partículas inicialmente especificadas como fases não classificadas. Para cada pixel das partículas em questão foi determinado o espectro de raios-X e foram quantificados os picos de intensidade dos elementos químicos.

Tabela 2**.** Banco de dados de minerais e de associações minerais desenvolvido para o sistema TIMA- MIRA com classificação em grupos segundo Dana (1981). Minerais inseridos são complementados com sufixo " (1) " e minerais modificados estão complementados com sufixo " (a) ".

	BANCO DE DADOS NANOLAB_ALL			
	Actinolite(a)	*Chrysotile(1)*	*Kaolinite(a)*	*Schorl(a)*
	Aegirine(a)	*Cordierite (1)*	*K Feldspar(1)*	*Scapolite-Ca-Na(1)*
	Albite(a)	*Danalite(1)*	*Kianite(1)*	*Silimanite(1)*
	Ajoite(1)	*Diopside(a)*	*Labradorite(1)**	*Sodalite(1)*
	Allanite-(Ce(a))	*Dravite*	*Lepidolite(1)*	*Sperssatine(1)*
	Andalusite(a)	*Elbaite(1)*	*Leucophoenicite(1)*	*Spodumene(1)*
	Almandine(1)	*Enstatite(a)*	*Marialite(1)*	*Staurolite(1)*
	Almandine_Spessartine(1)	*Enstatite-(Fe)*	*Magnesiogedrite*	*Talc(1)*
	Anandite(1)	*Euclase(1)*	*Microcline(1)**	*Titanite(a)*
SILICATES	*Aluminium Titanate- - Andradite*	*Ferro-Actinolite(a)*	*Montmorillonite(1)*	*Topaz(1)*
	(a)	*Ferrobustamite(1)*	*Muscovite(a)*	*Tremolite(1)*
	Antigorite- (1)	*Ferrocarpholite*	*Nepheline (1)*	*Tetraferriphlogopite(1)*
	Andesine(1)	*Ferrogedrite*	*Neotocite(1)*	*Uvarovite(1)*
	Andratite (a)	*Ferrosaponite (a)*	*Olivine(a)*	*Vermiculite(1)*
	Anorthite(a)	*Fluorvesuvianite(1)*	*Oligoclase(1)*	*Versuvianite(1)*
	Augite(1)	*Forsterite(1)**	*Orthoclase(1)*	*Wollastonite(a)*
	Bannisterite (a)	*Fuchsite(1)*	*Paragonite(1)**	*Zircon (a)*
	Biotite(a)	*Ganierite(1)*	*Prehnite(1)*	*Zoisite(1)*
	*Bariumbannisterite(1)**	*Grossular(1)*	*Pyrophyllite(1)*	*Zunyite*
	Cancrinite	*Grunerite(1)*	*Pyrope (a)*	
	Chlinochlore(1)	*Hastingsite(1)*	*Quartz(a)*	
	Chlorite(1)	*Halloysite(1)*	*Riebeckite(1)*	
	Chloritoide(1)	*Hornblende(a)*	*Roscoelite(1)*	
	Chrysocolla	*Kaersutite*	*Rhodonite(1)*	
	*Anatase(1)**	*Corundum(a)*	*Goethite(1)*	*Pyrolusite(1)*
	Aluminocerite (Ce)(1)	*Cuprite (a)*	*Hematite(1)*	*Romanechite(1)*
	Baddeleyite(a)	*Diaspore-(Fe)*	*Ilmenite (a)*	*Rutile(a)*
	Bismutocolumbite(a)	*Diaspore-(Fe-Mn)(1)*	*Jacobsite (a)*	*Rynersonite*
OXIDES	*Cassiterite(a)*	*Diaspore(a)*	*Magnetite(1)*	*Tantalite-(Fe)*
AND	*Chromite(a)*	*Fersmite*	*Magnesiochromite(1)*	*Tantalite-(Mn)(1)*
HYDROXIDES	*Cryptomelane(1)*	*Fersmite-(Nb)*	*Perovskite (1)*	*Titanowodginite*
	Columbite(a)	*Fergusonite (a)*	*Pyromorphite(1)*	*Uraninite(a)*
	Columbite-Mn (1)	*Gibbsite(1)*		*Vesuvianite(1)*

SULFIDES	*Arsenopyrite(1)* *Berndtite (a)* *Bornite(a)* *Cinnabar (1)* *Chacocite(a) Chalcopyrite(a)* *Chalcopyrite+As(a)*	*Covellite (1)* *Cobaltpentlandite(1)* *Cuprokalininite(1)* *Danaite(1)* *Galena(a)* *Molybdenite(a)* *Millerite(1)*	*Pentlandite(a)* *Pyrite(a)* *Pyrrhotite(1)* *Oregonite* *Orpiment(1)* *Rammelsbergite* *Realgar(1)*	*Skutterudite* *Sobolevskite* *Sperrylite(a)* *Sphalerite(a)* *Stibinite(a)* *Wurtzite*
CARBONATES	*Ankerite(a)* *Ankerite+clay(Fe) (1)* *Ankerite+clay (a)* *Azurite(1)* *Bastnasite (1)*	*Calcite(a)* *Calcioburbankite* *Calcioburbankite-Sr* *Calcioburbankite-Ca* *Calcioburbankite-Na*	*Cerussite(1)* *Dawsonite (a)* *Dolomite(a)* *Lanthanite(1)** *Kutnohorite(1)* *Malachite(1)*	*Parisite(1)* *Rhodochrosite(1)* *Siderita(1)* *Strontianite* *Synchysite*
PHOSPHATES	*Amblygonite(1)* *Apatite(a)* *Beryllonite(1)* *Brazilianite(1)* *Faustite (1)*	*Frondelite(1)* *Herderite(1)* *Lazulite(1)* *Montebrasite(1)* *Monazite(a)*	*Pyromorphite(1)* *Pseudomalachite(1)* *Theisite(1)* *Xenotime-(Y) (a)*	
SULFATES	*Alunite* *Anhydrite(1)* *Antlerite(1)*	*Baryte(a)* *Celestite*	*Cerussite(1)* *Gypsum(1)*	
HALIDES	*Atacamite(a)* *Fluorite(a)*	*Halite(1)* *Sylvite(1)*	*Adamite(1)* *Cuprian Adamite(1)*	
NATIVE ELEMENTS	*Bismuth (a)* *Chromferide*	*Gold (a)* *Silver (a)*	*Sulphur(1)*	
TUNGSTATES MOLIBDATES BORATES	*Gaudefroyite(1)*	*Hubnerite(1)**	*Scheelite(1)*	*Wolframite(1)*

A Figura 4 ilustra os dados obtidos para o mineral lepidolita, na análise no sistema TIMA-MIRA, utilizando o banco de dados do sistema. Ressalta-se o fato de que todas as partículas colorizadas em preto, na figura 4, correspondem a fases não identificadas pelo sistema original, em função de suas regras de seleção não contemplarem as particularidades da lepidolita analisada.

Para o ponto selecionado no interior da partícula inserida no enquadramento pontilhado, indicado pela seta, foi atribuído um espectro de raios- X (Guia *Spectrum*) e um conjunto de intensidade de picos de elementos químicos (Guia *Peaks*), bem como para as demais partículas apresentadas como não classificadas. Um conjunto de medidas representativas das intensidades dos picos dos elementos químicos que compõem a fórmula química do mineral lepidolita foi coletado em cada partícula. Os valores de intensidade mínimo e máximo de cada elemento foram utilizados para compor sua regra de classificação, selecionada como *Intensity*, e para inserção do mineral no novo banco de dados, denominado NanoLab_all, juntamente com suas propriedades importadas do Webmineral. Após a reclassificação, utilizando-se a nova base de dados as partículas foram corretamente identificadas como o mineral lepidolita, sendo todas as partículas foram colorizadas automaticamente conforme a legenda do mineral (Figura 5).
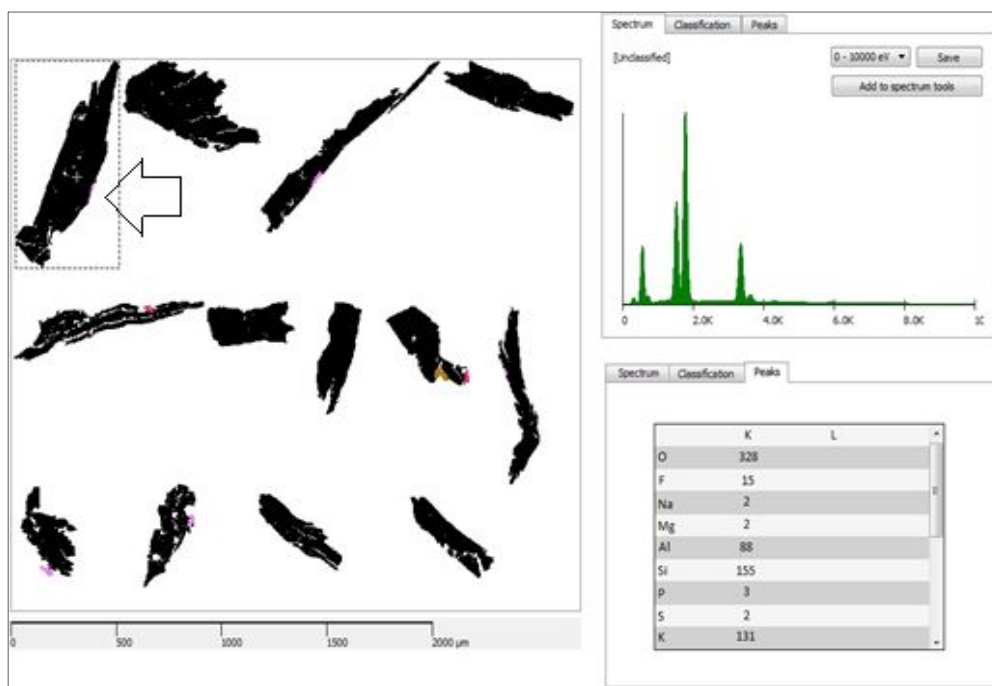
Figura 4. Partículas do mineral lepidolita, como não identificadas, apresentadas em preto.
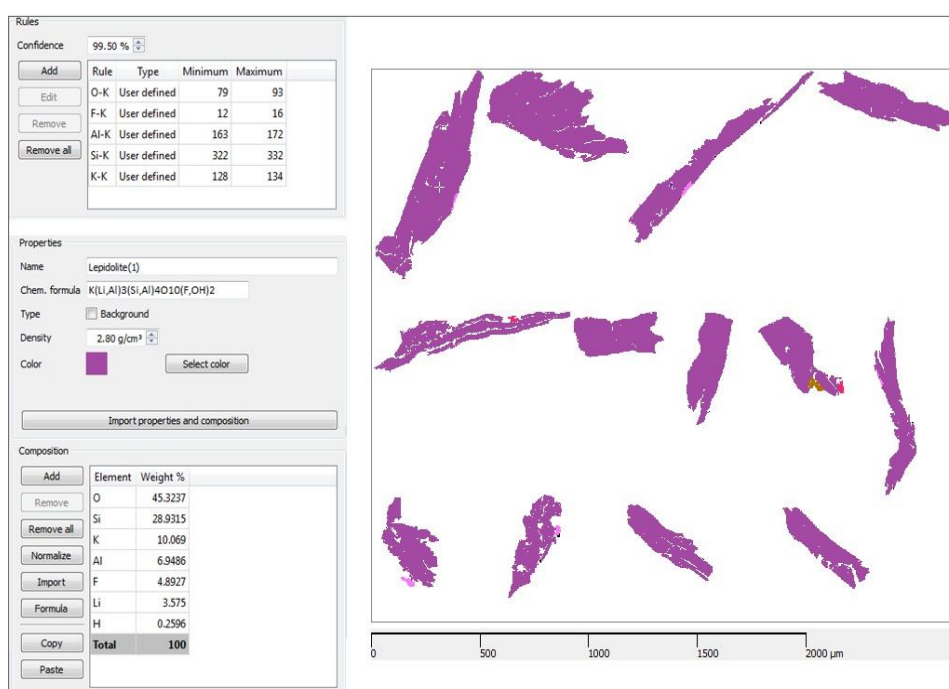
Figura 5. Definição da regra de classificação do mineral lepidolita por meio de valores máximos e mínimos de intensidade de picos de elementos químicos (Guia *Rules*) e importação das propriedades do mineral do Webmineral (Guia *Properties* e *Composition*).

Diferentes espectros de raios-X foram coletados a partir das variações das composições químicas em cada partícula, obtidas pela análise semi-quantitativa na ferramenta *Spectrum tools* e, após, foram importados para o novo banco de dados, conforme ilustrado na Figura 6. Esses espectros não são utilizados na classificação de fases minerais por análises no sistema, que executa a classificação por meio da regra anteriormente definida, e sim para comparar espectros obtidos da mesma espécie mineral em próximas análises no sistema, evidenciando as variações químicas decorrentes de processos geológicos.

As principais inconsistências identificadas relacionam-se com a distinção de minerais polimorfos, caracterizados pela mesma composição química, como crisotila - antigorita, cianita - andalusita - similanita, que não apresentam diferenças substanciais de intensidades dos picos dos elementos químicos e, portanto, não são identificados distintamente, sendo agrupados em uma única fase; e com a individualização dos membros de soluções sólidas contínuas, como a série forsterita-faialita, onde a ausência de membros da série inviabiliza o estabelecimento de regras de classificação individuais, sendo, neste caso, mantido o nome do grupo mineral, olivina.
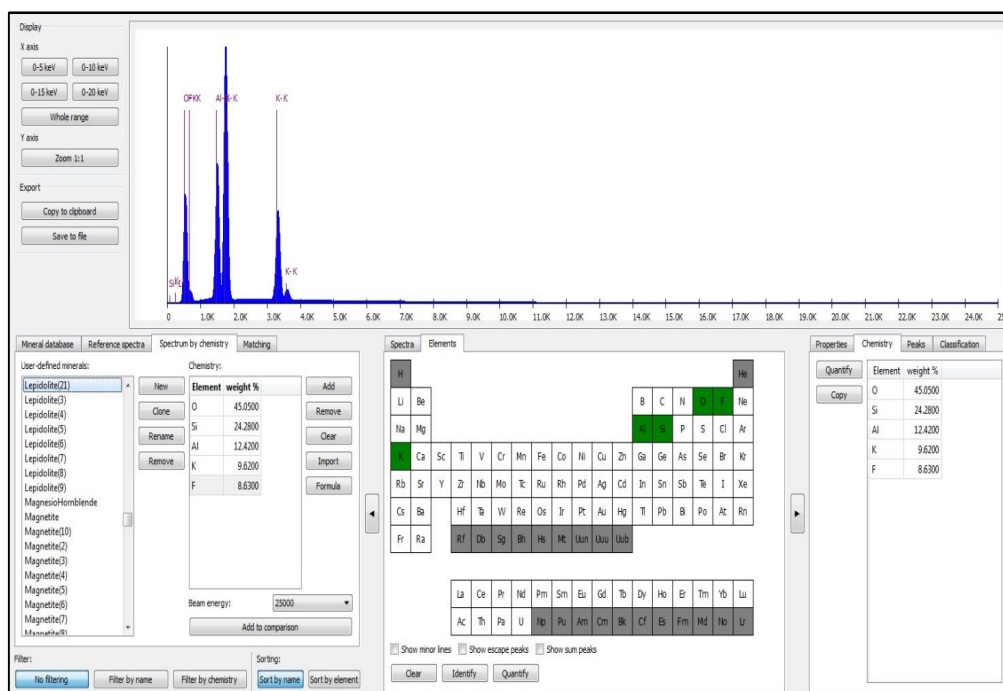
Figura 6. Quantificação (Guia *Chemistry*) e simulação (Guia *Spectrum by Chemistry*) de espectro de raios X da partícula selecionada por meio da ferramenta *Spectrum* Tools, posteriormente adicionado ao banco de dados.

Entretanto, para soluções sólidas descontínuas, como a série albita-anortita, a individualização foi viabilizada pela presença de membros de composição química definidas, como já executado, em parte, pela inserção dos minerais anortita, labradorita, oligoclásio, andesina e albita, que constituem a série.

Os óxidos selecionados constituem fases minerais não individualizadas ou não classificadas, por não se encontrarem discriminados ou inseridos no banco de dados original do sistema, à exceção de algumas espécies.

Como o mineral cromita já se encontrava inserido no banco de dados original, a maioria de suas partículas foi corretamente classificada após à análise no sistema TIMA-MIRA, conforme ilustrado na Figura 7. Os espectros de raios-X foram coletados a partir das análises químicas semi-quantitativas, obtidas na ferramenta *Spectrum tools* e importados para o banco de dados.

O ponto selecionado no interior da partícula inserida no enquadramento pontilhado, indicado pela seta, exibe a comparação entre o espectro obtido, em verde, e o espectro padrão do banco de dados, em azul (Guia *Spectrum*). Como os constituintes dessa classe apresentam, em parte, composições químicas semelhantes, até mesmo em termos proporcionais, não há diferenças significativas de brilho de BSE e de intensidades de picos de elementos químicos, que possibilitem sua individualização imediata. Portanto, a definição das regras de

classificação de alguns minerais selecionados exigiu maior acurácia na seleção e no processamento dos dados adquiridos.
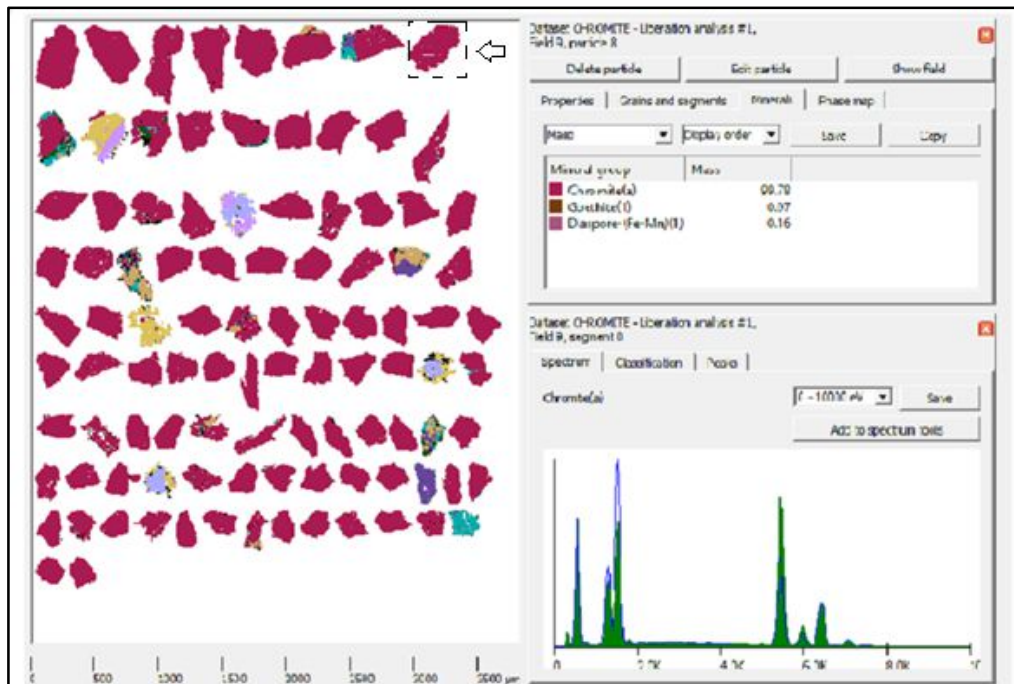
Figura 7. Partículas do mineral cromita corretamente classificadas são apresentadas na cor bordô.

Para os óxidos e hidróxido de ferro, por exemplo, um grande número de informações foi coletado de amostras de magnetita, hematita e goethita de diferentes depósitos minerais, com a finalidade de contemplar dados estatisticamente representativos adotando-se as seguintes regras de identificação.

- Regra baseada em faixas de nível de brilho BSE_(BSE Level): Como individualmente os óxidos Magnetita (Fe_2O_3. FeO), Hematita (Fe_2O_3) e o hidróxido, goetita (FeO (OH)) apresentam formulações químicas semelhantes, com os mesmos elementos majoritários, e teores em ferro bem distintos, o nível de brilho BSE, foi utilizado, a princípio, para diferenciá-los. Separadamente, estabeleceu-se as faixas de nível BSE para cada espécime, através de uma coleta de dados em massas mono minerais para cada um destes. Tal relação, na análise de uma assembleia mineral, onde tais óxidos estavam presentes, misturados, não se mostrou eficiente para diferenciá-los, pois o nível de brilho BSE mostrou ser influenciado, tanto pela granulometria da partícula, quanto pela posição da partícula no embutimento, ocorrendo uma superposição de tais faixas de valores máximos e mínimos.
- Regra baseada na relação Fe/O (Ratio), conjuntamente com o nível de brilho BSE (BSE Level) nos vários experimentos, notou-se que programa TIMA não se utiliza das diferenças químicas entre os espécimes, logo, as faixas de valores máximos e mínimos estabelecidas se sobrepuseram, não sendo possível tal diferenciação, entre os citados óxidos de ferro, pela técnica apresentada.

Aplicando esta regra, os valores ficaram como apresentados na tabela 4.

Tabela 2. Valores da Regra Ratio Fe/O e Brilho BSE para hematita e magnetita.

	Fe/O		Brilho BSE	
	Máximo	Mínimo	Mínimo	Máximo
Hematita	2.0	9.85	31.0	38.9
Magnetita	4.3	5.80	35.0	47.0

A tabela 5 apresenta os valores da regra para a identificação dos óxidos de ferro, em conjunto, hematita/magnetita.

Tabela 3. Valores da regra adotada para hematita/magnetita

Hematita/Magnetita	**Fe/O**		**Brilho BSE**	
	Mínimo	Máximo	Mínimo	Máximo
	2	9.85	30	47

Regra baseada na intensidade dos picos dos principais elementos químicos constituintes do espécime (*Intensity).* Como a goethita possui em sua constituição, elementos químicos distintos dos óxidos, dentre outros, tais como fósforo (P), Bário (Ba) com picos de intensidades relevantes, foi possível criar uma regra, distinguindo-a dos óxidos de ferro, hematita e Magnetita.

Os sulfetos mais comuns já se encontravam no banco de dados original e foram corretamente classificados após a análise no sistema, apresentando poucas alterações relativas às regras de classificação ou à composição de espectros de EDS. Segundo Dana (1981), os minerais desse grupo são definidos pela associação de um elemento metálico ou de um elemento semi-metálico, contemplando as subclasses dos sulfetos, arsenetos, antimonetos, selenetos e teluretos. Suas composições químicas são definidas por diferentes cátions, à exceção de algumas espécies, circunstância que favorece a distinção destes minerais por regras de intensidade de pico de elementos químicos, já que os mesmos apresentam níveis de brilho de BSE equivalentes, variando entre 40 e 60 %. Mesmo para minerais com composições químicas semelhantes, como pirita e pirrotita, foi possível estabelecer regras de classificação por intensidades de pico de elementos químicos, sem que houvesse sobreposição dos valores selecionados para cada espécie. A título de exemplo, as partículas do mineral realgar [AsS] foram incialmente especificadas como fases não classificadas. Para cada ponto, nas diversas partículas, foi determinado um espectro de raios-X e foram quantificados os picos de intensidade dos elementos químicos. A Figura 8 ilustra os dados obtidos para o mineral realgar na análise no sistema TIMA-MIRA, com o banco de dados original.

Um conjunto de medidas representativas das intensidades dos picos dos elementos que compõem a fórmula química do mineral realgar foi adquirido e os valores de intensidade mínimo e máximo de cada elemento foram utilizados para compor sua regra de classificação, selecionada como *Intensity*, assim, inseri-lo no banco de dados NanoLab_all, juntamente com suas propriedades importadas do Webmineral.

Os espectros de raios-X coletados a partir das composições químicas foram obtidos pela análise semi-quantitativa de suas diversas partículas na ferramenta *Spectrum tools* e, após isso, foram importados para o banco de dados, juntamente com níveis de BSE, fundamentais na distinção dos sulfetos das espécies de outras classes minerais. Outros sulfetos, foram obtidos de forma análoga àquela ilustrada na Figura 9, bem como os níveis de brilho BSE. Os carbonatos selecionados constituem minerais de composição química simples, entretanto, verificou-se algumas discrepâncias relativas à não quantificação do elemento carbono pelo sistema. De tal forma, que as regras de classificação dos carbonatos foram, eventualmente, sobrepostas às regras dos minerais da classe dos óxidos. Solucionou-se tal

problema pela criação de regras de classificação que incluem outros elementos químicos, além dos elementos da fórmula química do mineral em questão. Para tais elementos, que apresentam significativas variações na intensidade dos picos obtidos nos resultados das diferentes classes, analogamente ao método utilizado pelo fabricante para a definição do mineral calcita, estabeleceram-se valores mínimos e máximos para os elementos cálcio, oxigênio, estanho e antimônio. Analogamente, as partículas do mineral rodocrosita [$MnCO_3$] foram especificadas, em parte, como partículas não classificadas e, em parte, erroneamente, como o mineral pirolusita [MnO_2] como apresentado na Figura 10.

Figura 8. Partículas do mineral realgar especificadas como não classificadas são apresentadas na cor preta. Após a reclassificação, as partículas foram corretamente identificadas como o mineral realgar e colorizados em azul.
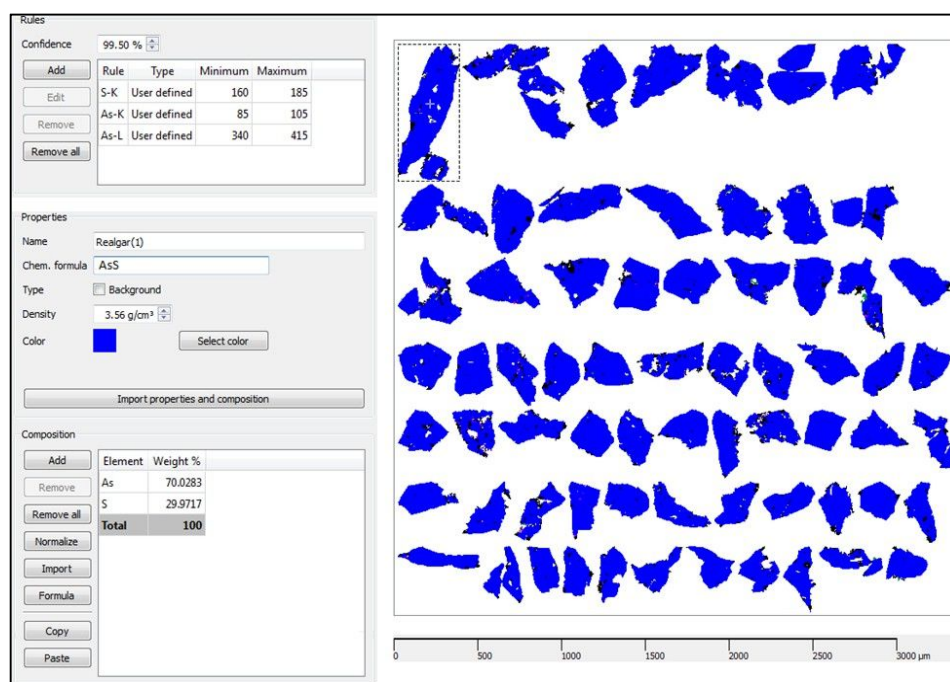
Figura 9. Definição da regra de classificação do mineral realgar.

Os carbonatos selecionados constituem minerais de composição química simples, entretanto, verificou-se algumas discrepâncias relativas à não quantificação do elemento carbono pelo sistema. De tal forma, que as regras de classificação dos carbonatos foram, eventualmente, sobrepostas às regras dos minerais da classe dos óxidos. Solucionou-se tal problema pela criação de regras de classificação que incluem outros elementos químicos, além dos elementos da fórmula química do mineral em questão. Para tais elementos, que apresentam significativas variações na intensidade dos picos obtidos nos resultados das diferentes classes, analogamente ao método utilizado pelo fabricante para a definição do mineral calcita, estabeleceram-se valores mínimos e máximos para os elementos cálcio, oxigênio, estanho e antimônio. Analogamente, as partículas do mineral rodocrosita [$MnCO_3$] foram especificadas, em parte, como partículas não classificadas e, em parte, erroneamente, como o mineral pirolusita [MnO_2] como apresentado na Figura 10.

Figura 10. Partículas do mineral rodocrosita especificadas como não classificadas são apresentadas, na cor preta e a pirolusita na cor azul escuro. Para o ponto selecionado no interior da partícula, indicado pela seta, foram atribuídos um espectro de raios-X (Guia *Spectrum*) e um conjunto de intensidade de picos de elementos químicos (Guia *Peaks*).

Um conjunto de medidas representativas das intensidades dos picos dos elementos que compõem a fórmula química do mineral rodocrosita foi adquirido e para tal não ser especificado erroneamente como o mineral pirolusita, já que o elemento carbono não é quantificado, em sua regra, além dos elementos manganês e oxigênio, incluiu-se o elemento rubídio, que apresenta valores de intensidade de picos superiores àqueles detectados na pirolusita. Assim, utilizou-se os valores de intensidade mínimo e máximo de cada elemento para compor a regra de sua classificação, inserindo-o no novo banco de dados, juntamente com suas propriedades importadas do Webmineral.

Após a reclassificação, as partículas foram corretamente identificadas como o mineral Rodocrosita (Figura 11). Coletou-se os espectros de raios-X a partir das composições químicas de cada partícula pela análise semi-quantitativa na ferramenta *Spectrum tools*, importando-

os, após, para o banco de dados. Os fosfatos, sulfatos, halóides e elementos nativos não apresentaram dificuldades no estabelecimento das regras de identificação por intensidade de pico de elementos químicos, em função de suas composições químicas bem definidas, facilmente reconhecidas e interpretáveis na análise do sistema. Pequenas variações na composição química dos minerais, como monazita, foram contempladas com a adição de espectros de EDS juntamente à definição do mineral no banco de dados. No entanto, o mineral frondelita [$Mn^{2+}Fe_4(PO_4)_3(OH)_5$] foi, em parte, especificado como fase não classificada e, em parte, classificado incorretamente como o mineral jacobsita [$Mn^{2+}Fe_2^{3+}O_4$], após a análise pelo sistema (Figura 12).
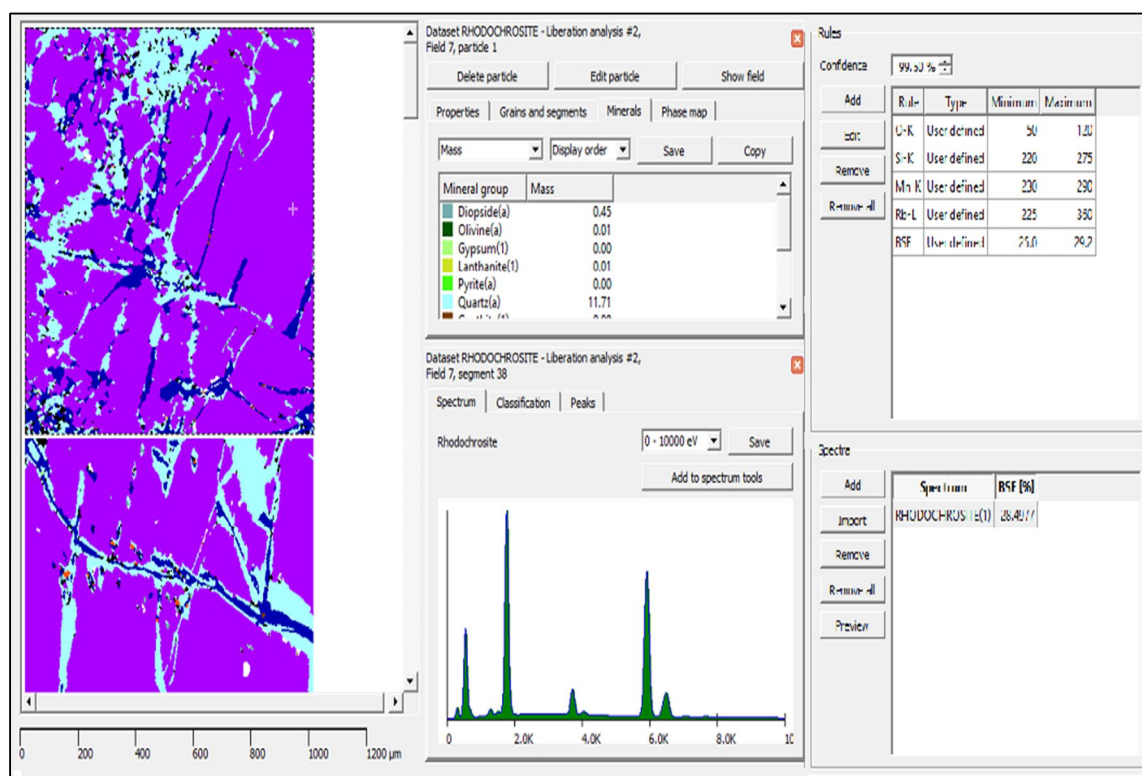
Figura 11. Correta Classificação do mineral Rodocrosita

O mineral jacobsita apresenta uma regra de classificação constituída por oxigênio, manganês e ferro, e como o mineral frondelita apresenta os mesmos elementos químicos em sua composição, houve uma sobreposição parcial da intensidade de picos desses elementos. Um conjunto de medidas representativas das intensidades dos picos dos elementos componentes da fórmula química do mineral frondelita foi adquirido e os valores de intensidade mínimo e máximo de cada elemento em cada partícula deste, e analogamente aos casos anteriores, utilizou-se tais, para compor a sua regra de classificação, selecionada como *Intensity*, inserindo-o no banco de dados, juntamente com os espectros característicos das partículas. Após a reclassificação, tais partículas foram identificadas de forma correta, como o mineral frondelita (Figura 13), diferenciando-se da jacobsita pela inserção do elemento fósforo em sua regra de classificação, cujos valores definidos não se sobrepõem aos verificados para a frondelita. Neste caso, em particular, verifica-se que o espectro de raios-X é uma ferramenta de comparação entre um resultado obtido e uma fase que se encontra inserida no banco de dados do sistema, como exposto na figura 14.
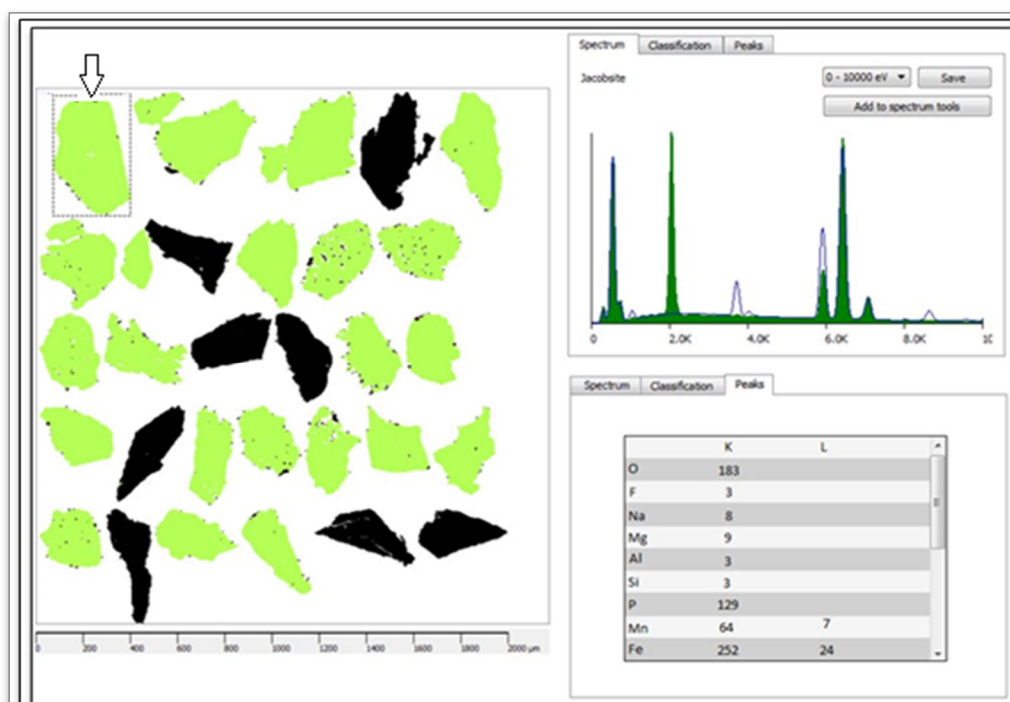
Figura 12. Partículas do mineral frondelita especificadas como não classificadas e erroneamente como jacobsita são apresentadas, respectivamente, na cor preta e na cor verde.
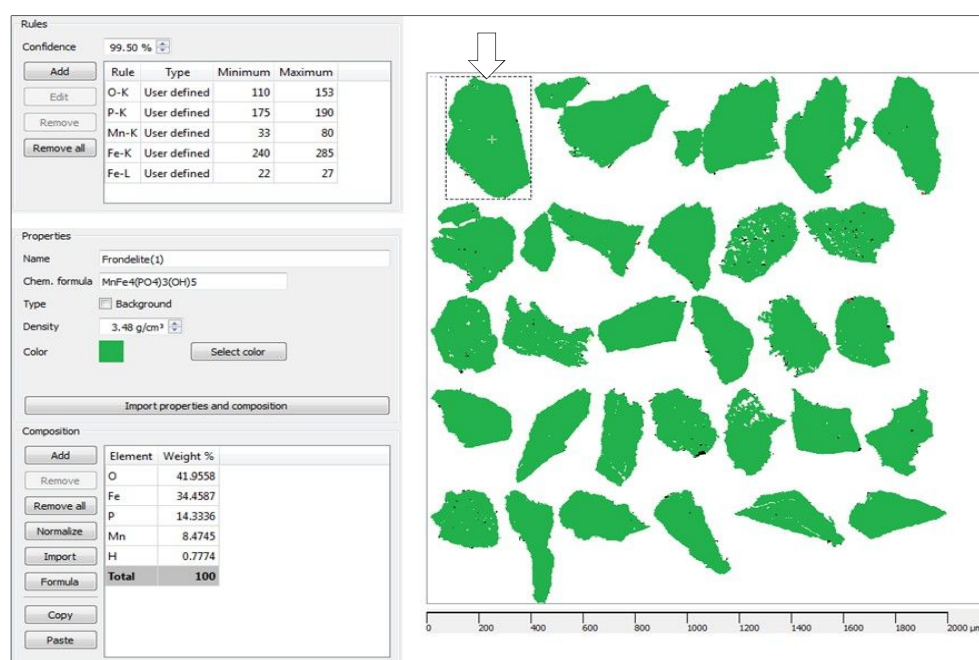
Figura 13. Definição da regra de classificação do mineral frondelita por meio de valores máximos e mínimos de intensidade de picos de elementos químicos (Guia *Rules*) e importação das propriedades do mineral do Webmineral (Guia *Properties* e *Composition*) e sua reclassificação, com as partículas especificadas corretamente como o mineral frondelita, apresentadas na cor verde.
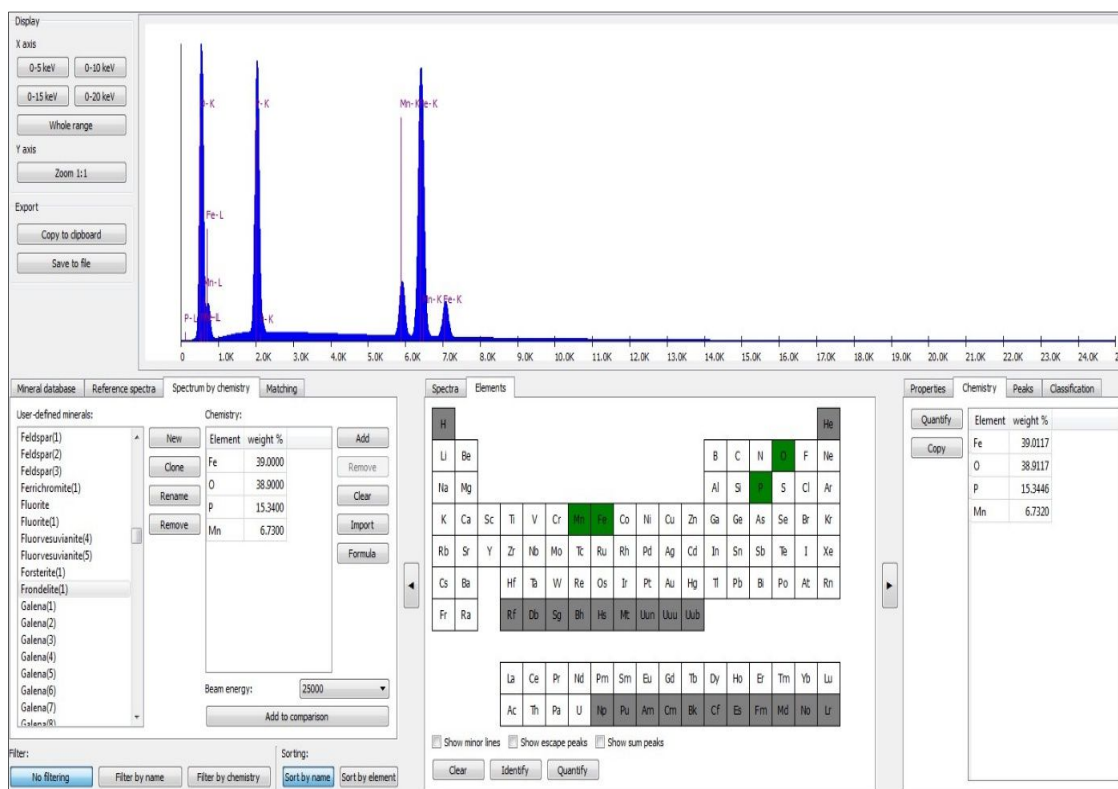
Figura 14. Quantificação (Guia *Chemistry*) e simulação (Guia *Spectrum by Chemistry*) de espectro de raios-X da partícula selecionada por meio da ferramenta *Spectrum* Tools, posteriormente adicionado ao banco de dados.

3.2. Aplicação do banco de dados

.3. Caracterização mineralógica automatizada de um minério de ouro

Neste trabalho foram analisadas 9 seções polidas contendo porções de uma amostra de minério de ouro, proveniente da região norte do estado do Pará, designadas pela nomenclatura PP-A a PP-J, todas réplicas de uma mesma amostra.

A amostra foi homogeneizada e quarteada, fornecendo as 9 réplicas citadas. Para tal análise adotaram-se os parâmetros de medição constantes na Figura 15..

Figura 15: Parâmetros de medição adotados para o Minério de Ouro

A figura 16 apresenta o mapeamento das fases associadas ao o ouro, em todas as réplicas analisadas e classificadas, através do banco e dados NanoLab_all (Ver.22)
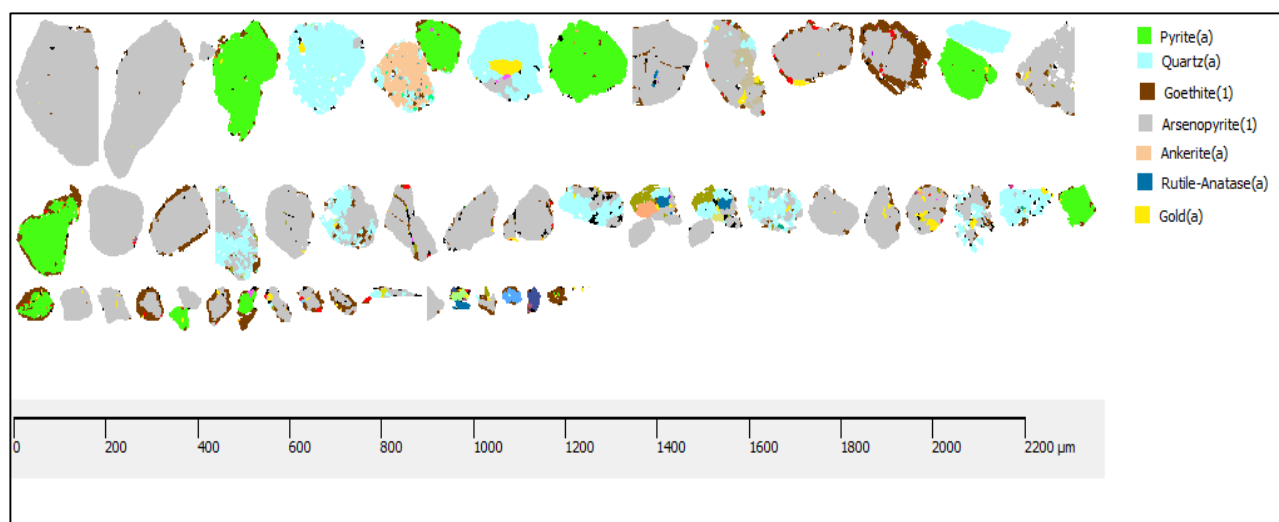
Figura 20. Mapeamento de Fases associadas ao Ouro em todas as réplicas da amostra - Bright Phase Search

A tabela 5 apresenta a distribuição mineralógica mássica nas réplicas da amostra de minério de ouro.

Tabela 6. Distribuição Mássica Mineral das réplicas na amostra de minério de ouro

Minerals /Mass [%]	PP-A	PP-B	PP-C	PP-D	PP-E
Moscovita(a)	0.00	0.00	0.00	0.05	0.15
Goethite(1)	14.12	0.00	4.97	3.44	4.25
Arsenopyrite(1)	46.32	0.00	92.63	70.94	85.53
Hematite/Magnetite(1)	0.90	0.00	0.38	0.00	0.01
Gypsum(1)	0.13	0.00	0.02	0.12	0.06
Quartz(a)	35.72	0.00	0.04	23.63	4.50
Biotite(a)	0.00	0.00	0.13	1.34	0.64
Gold(a)	2.78	0.00	1.73	0.30	4.55
The rest	**0.04**	**0.00**	**0.09**	**0.17**	**0.05**
Total	**100.00**	**0.00**	**100.00**	**100.00**	**100.00**

Minerals / Mass [%]	PP-F	PP-G	PP-H	PP-I	PP-J
Moscovita(a)	0.00	0.00	2.05	0.00	0.02
Goethite(1)	8.55	2.04	2.66	1.88	5.50
Ankerite(a)	0.00	2.70	0.03	0.00	0.00
Lepidolite(1)	0.04	0.01	0.25	0.00	0.00
Arsenopyrite(1)	34.40	59.83	73.72	88.11	62.43
Cassiterite(a)	0.00	0.61	0.00	0.00	0.04
Galena(a)	0.07	0.25	0.03	0.00	0.42
Microcline(1)	0.00	0.00	0.75	0.00	0.01
Wolframite(1)	2.41	0.00	0.00	0.00	0.00
Chalcopyrite(a)	0.00	0.01	0.12	0.10	0.00
Hematite(1)	0.50	0.11	1.00	0.45	0.30
Magnetite(1)	0.32	0.00	0.05	0.14	0.00
Rutile-Anatase(a)	0.72	0.00	1.18	0.22	0.12
Wurtzite	0.00	0.00	0.00	0.10	0.00
Gypsum(1)	0.45	0.00	0.01	0.00	0.07
Pyrite(a)	43.28	23.32	0.00	7.06	0.00
Pyrrhotite(a)	0.35	0.07	0.00	0.00	0.00
Quartz(a)	4.79	7.38	5.83	0.06	18.68
Biotite(a)	0.00	0.07	2.33	0.05	0.24
Hubnerite(a)	0.18	0.00	0.00	0.00	0.00
Gold(a)	3.72	3.33	8.92	1.82	12.00
The rest	**0.23**	**0.25**	**0.08**	**0.02**	**0.17**
Total	**100.00**	**100.00**	**100.00**	**100.00**	**100.00**

A tabela 7 apresenta os tipos e complexidades das partículas associadas ao ouro em todas as réplicas da amostra analisada.

Tabela 7. Tipos das associações das partículas com o ouro

Min. groups / Mass [%]	**Gold(a)**	**Min. groups / Mass [%]**	**Gold(a)**
PP-A - Bright phase search - particles		**PP-F - Bright phase search - particles**	
Free particles	0.00	**Free particles**	5.92
Binary particles	0.00	**Binary particles**	0.00
Complex particles	100.00	**Complex particles**	94.08
Total	**100.00**	**Total**	**100.00**
PP-B - Bright phase search - particles		**PP-G - Bright phase search - particles**	
Free particles	0.00	**Free particles**	0.39
Binary particles	0.00	**Binary particles**	0.00
Complex particles	0.00	**Complex particles**	99.61
Total	**0.00**	**Total**	**100.00**
PP-C - Bright phase search - particles		**PP-H - Bright phase search - particles**	
Free particles	0.00	**Free particles**	1.15
Binary particles	0.00	**Binary particles**	0.00
Complex particles	100.00	**Complex particles**	98.85
Total	**100.00**	**Total**	**100.00**
PP-D - Bright phase search - particles		**PP-I - Bright phase search - particles**	
Free particles	0.00	**Free particles**	0.00
Binary particles	0.00	**Binary particles**	0.00
Complex particles	100.00	**Complex particles**	100.00
Total	**100.00**	**Total**	**100.00**
PP-E - Bright phase search - particles		**PP-J - Bright phase search - particles**	
Free particles	0.00	**Free particles**	0.00
Binary particles	0.00	**Binary particles**	0.00
Complex particles	100.00	**Complex particles**	100.00
Total	**100.00**	**Total**	**100.00**

A tabela 8 apresenta a distribuição do tamanho de grão das partículas de ouro nas 9 réplicas da amostra analisada.

Tabela 8. Distribuição de tamanho de grão do ouro nas réplicas da amostra

Size range / Mass of Gold(a) [%]	**Midpoint [µm]**	**PP-A**	**PP-B**	**PP-C**	**PP-D**	**PP-E**
>0.10<2.0 µm	0.4	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
>2.0<40 µm	8.9	100.0	0.0	100.0	100.0	100.0
>40<800 µm	178.9	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0

Size range / Mass of Gold(a) [%]	Midpoint [µm]	PP-F	PP-G	PP-H	PP-I
>0.10<0.36 µm	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0
>0.36<1.3 µm	0.7	0.0	0.0	0.0	0.0
>1.3<4.7 µm	2.5	4.7	1.6	5.1	1.2
>4.7<17 µm	8.9	95.3	10.9	94.9	48.1
>17<61 µm	32.3	0.0	87.5	0.0	50.8
>61<222 µm	116.6	0.0	0.0	0.0	0.0
>222<800 µm	421.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Total		**100.0**	**100.0**	**100.0**	**100.0**

A tabela 9 apresenta o grau de liberação da partícula de ouro nas réplicas da amostra analisada.

Tabela 9. Grau de Liberação da partícula de ouro

Surface area of Gold(a) [%] / Mass of Gold(a) [%]	PP-A	PP-B	PP-C	PP-D	PP-E	PP-F	PP-G	PP-H	PP-I
<10 %	2.8	0.0	1.7	0.1	4.6	3.5	3.3	1.8	8.8
>10<20 %	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
>20<30 %	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
>30<40 %	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
>40<50 %	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
>50<60 %	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
>60<70 %	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
>70<80 %	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
>80<90 %	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
>90<100 %	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Liberated	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.2	0.0	0.0	0.1
Total	**2.8**	**0.0**	**1.7**	**0.1**	**4.6**	**3.7**	**3.3**	**1.8**	**8.9**

5. Conclusões

Neste trabalho desenvolveu-se uma metodologia específica de criação do banco de dados de minerais do sistema TIMA-MIRA, com uma abordagem mais abrangente de espécies e associações minerais no contexto geológico brasileiro. Esta metodologia envolveu uma sequência de etapas, desde a seleção, a preparação e análise de amostras minerais até o desenvolvimento sistemático do banco de dados, que tornou possível a identificação de novos minerais e a distinção de minerais, anteriormente não efetuada devido às limitações do banco de dados padrão do sistema, especialmente, no que diz respeito às espécies pertencentes à classe dos óxidos, que compõem um grande número de reservas e jazidas minerais brasileiros.

Neste processo, parte dos minerais selecionados foi normalmente inserida no banco de dados, em função de suas composições químicas definidas, com suas intensidades picos de elementos químicos específicos, possibilitando a definição direta de suas regras de classificação. Entretanto, foram identificadas dificuldades associadas ao polimorfismo, às soluções sólidas e às composições químicas semelhantes. Devidos às limitações da técnica, esta se mostra importante como uma técnica auxiliar na caracterização mineral, devido à sua

rapidez, não se alijando do processo quaisquer outras técnicas complementares, como a microscopia ótica, difração de raios-X e o estudo cristalográfico por EBSD.

A classificação mineralógica no sistema é estritamente dependente da superfície analisada, demandando uma preparação de alta qualidade, sem a presença de rugosidade superficial, pois tal influencia diretamente no nível de brilho BSE da partícula. É importante enfatizar que o método desenvolvido não deve ser utilizado unicamente no estudo dos materiais de interesse, uma vez que em qualquer método de caracterização mineralógica, a qualidade dos resultados obtidos dependente da experiência e do conhecimento técnico-científico do operador, não prescindindo, pois, de validações subsequentes por técnicas complementares. O processo de inserção de novos minerais é contínuo e sempre estará associado ao contexto geológico do minério estudado.

Agradecimentos: Rede Temática de Engenharia de Materiais (REDEMAT) Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP); Laboratório NanoLab-CMM-REDEMAT-UFOP**;** Prof. Dr. Carlos Antônio da Silva – Departamento de Engenharia Metalúrgica-Escola de Minas- UFOP

Referências Bibliográficas

Dana J. D. Manual de Mineralogia. São Paulo, Livros Técnicos e Científicos Editora S. 642 p.
Fandrich R., GU Y., Burrows, D., Moeller K., 2007. Modern SEM-based mineral Liberation analysis. *Internat. J. Min. Process.* **84**, 310 – 320. FEI COMPANY (2012): Product datasheets for MLA 650 and 650F instruments.
FEI. 2015. Disponível em<http://www.fei.com/> Acesso em:27 de maio de 2015.
Gottlieb P., Wilkie G., Sutherland D., Ho Tun, E., 2000. Using quantitative electron microscopy for process mineralogy applications. *J. Minerals & Materials Characterisation & Engineering* **52**, 24–27.
Heinrich K. F. J.,1966. X-ray optics and microanalysis. *In* 4th International Congress on ray Optics and Microanalysis (R. Castaing, P.Deschamps & J. Philibert, *eds.*), Hermann, Paris,p.1509.
Neumann, et al., 2004. The Evolution of the Upper Mantle beneath the Canary Islands: Information from Trace Elements and Sr isotope Ratios in Minerals in Mantle Xenoliths.
Journal of Petrology.Vol.45 (12), pp.2573-261
Mineral Database,Webmineral. 2015.<http://webmineral.com> Acesso 15 de outubro de2015.
W. Petruk (Ed.) CANMET, Image analysis in earth science. Ottawa, Canada, 16, pp. 37–42.
Rocio, M.A.R., et al., 2012, "Terras-raras: situação atual e perspectivas." *BNDE, Setorial, n. 35, p. 369-420.*
Sutherland D. N., Gottlieb P. 1991. Application of automated quantitative mineralogy in mineral processing. *Minerals Engineering*, **4**(7): 753-762.
Sylvester P. J., 2012. Chapter 1: Use of the mineral liberation analyzer (MLA) for mineralogical studies of sediments and sedimentary rocks**.** *Mineralogical Association of Canada Short Course,* 42, St. John's NL, p. 1-16.
TIMA Users Manual Guide, 2015